

Fe-Ni 계 폐산용액으로 부터 분무열분해법에 의한 Ni-ferrite 나노 분말 제조

(Manufacture of the Nano-Sized Ni-Ferrite Powder by Spray Pyrolysis Process from Fe-Ni Waste Acid Solution)

호서대학교 유재근, 서상기, 박시현, 김경환, 충북대학교 김용수, 최재하

1. 서론

본 연구에서는 새도우마스크 제조공정에서 발생하는 Fe-Ni 계 폐산 용액에 Ni 성분을 용해시킨 복합 산용액을 원료용액으로 사용하여 자체 제작한 분무열분해 system을 이용한 분무열분해 공정에 의해 입도분포 및 조성이 균일하며 평균입도가 70 nm 이하인 초미립의 Ni-ferrite 분말을 제조하며 반응온도, 원료용액의 농도 및 원료용액의 유입속도의 반응조건 변화에 따른 생성분말의 특성변화를 파악하는데 그 목적이 있다.

2. 실험방법

본 연구에서는 새도우 마스크 제조 공정에서 발생하는 폐산(Fe 농도는 200 g/l, Ni 농도는 10 g/l)을 정제하여 분무열분해를 위한 원료용액으로 사용하였다. 이 폐산용액 내에 NiFe₂O₄ 조성에 해당되는 Ni 성분을 첨가하여 복합 산용액을 제조하였다. 이 용액을 titanium nozzle을 통하여 열분해 반응로 내부로 분무시킴으로써 평균입도 70 nm 이하인 Ni-ferrite 분말을 제조하였으며 반응조건 변화에 따른 생성분말의 특성 변화를 파악하였다. 반응인자들의 변화에 따른 분말의 특성 변화는 SEM, XRD 분석 및 비표면적의 측정을 통하여 파악하였다.

3. 실험결과 및 고찰

반응로 내부로 유입되는 공기압력이 1 kg/cm²이며 용액 내의 Fe 성분의 농도를 200 g/l로 하는 경우에 반응온도가 800°C로부터 1100°C로 변화함에 따라 분말의 평균입도는 40 nm로부터 100 nm 정도까지 증가하고 있었으며 조직도 현저하게 치밀화 됨을 알 수 있었다. 또한 반응온도의 증가에 따라 NiFe₂O₄ 상의 생성비율 및 결정성이 현저히 증가하고 있었다. 공기압력이 1 kg/cm²이며 반응온도가 1000°C인 경우에 용액 내의 Fe 성분의 농도가 20 g/l로부터 200 g/l로 증가됨에 따라 분말의 평균입도는 30 nm로부터 60 nm 정도까지 점점 증가하는 반면 입도분포는 더욱 불규칙하게 나타나고 있었다. 또한 용액 내의 농도 증가에 따라 NiFe₂O₄ 상의 생성비율 및 결정성이 현저히 증가하고 있었다. 공기압력이 1 kg/cm²이며 폐액 중의 Fe 농도가 200 g/l 이고 반응온도가 1000°C인 경우에 용액의 유입속도가 2 cc/min.로 부터 10 cc/min로 증가함에 따라 분말의 평균입도는 현저히 증가하는 반면 입도분포는 불규칙하게 됨을 알 수 있었다. 유입속도가 50 cc/min.로 증가하면 분말들의 평균입도가 감소하면서 입도분포가 매우 불규칙하게 나타나는 반면 유입속도가 100 cc/min.로 증가하는 경우에는 평균입도에는 큰 변화가 없으나 입도분포는 더욱 불규칙하게 나타남을 알 수 있었다.